

## ⑫ 公開特許公報(A)

平2-141501

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>B 22 F 1/00  
H 01 F 1/06

識別記号

Y

庁内整理番号

7511-4K

⑬ 公開 平成2年(1990)5月30日

7354-5E H 01 F 1/06

A

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 永久磁石用合金粉末

⑯ 特 願 昭63-295153

⑰ 出 願 昭63(1988)11月22日

⑱ 発 明 者 井 内 秀 貴 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社社内  
 ⑲ 発 明 者 塚 田 岳 夫 東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社社内  
 ⑳ 出 願 人 ティーディーケイ株式会社 東京都中央区日本橋1丁目13番1号  
 ㉑ 代 理 人 弁理士 石井 陽一

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

永久磁石用合金粉末

## 2. 特許請求の範囲

(1) R (ただし、RはYを含む希土類元素の1種以上)、FeおよびBを含有し、平均粒径が3~10 $\mu$ mであり、実質的に38 $\mu$ m以上の粒径の粒子が存在しないことを特徴とする永久磁石用合金粉末。

## 3. 発明の詳細な説明

## &lt;産業上の利用分野&gt;

本発明は、R (ただし、RはYを含む希土類元素の1種以上)、FeおよびBを含有する永久磁石用合金粉末に関する。

## &lt;従来技術&gt;

高性能を有する永久磁石としては、粉末冶金法によるSm-Co系磁石でエネルギー積として、32 MGOeのものが量産されている。

しかし、このものは、Sm、Coの原料価格が高いという欠点を有する。希土類の中では原子量の小さい希土類元素、たとえばセリウムやプラセオジム、ネオジムは、サマリウムよりも豊富にあり価格が安い。また、Feは安価である。

そこで、近年Nd-Fe-B系磁石が開発され、特開昭59-46008号公報では、焼結磁石が開示されている。

Nd-Fe-B系焼結磁石は、通常以下の様に製造される。

原料を溶解し、所定の組成を有する合金を鑄造し、インゴットを得る。

得られたインゴットを所定の平均粒径に粗粉碎し、次いでジェットミル等で微粉碎し、永久

磁石用合金粉末を得る。

そして、得られた合金粉末に、成形、焼結、熱処理を行い磁石を製造する。

#### < 発明が解決しようとする課題 >

このような場合、ジェットミル等による粉砕では、 $3\mu$ 程度より小さい粒径とすると、酸化を受けやすく、この合金粉末を用いて製造した磁石は磁気特性が低いものとなる。

これに対し、平均粒径が $3\mu$ 程度以上の合金粉末中には、 $38\mu$ 以上の粗大粒子が存在し、この合金粉末を用いて製造した磁石は、保磁力が小さい等の欠点があることが判明した。

本発明の目的は、保磁力が大きく、良好な磁気特性を有するNd-Fe-B系永久磁石の製造に用いる合金粉末を提供することにある。

#### < 課題を解決するための手段 >

このような目的は、下記の本発明(1)によって達成される。

(1) R (ただし、RはYを含む希土類元素の1種以上)、FeおよびBを含有し、平均粒径が $3\sim 10\mu$ であり、実質的に $38\mu$ 以上の粒径の粒子が存在しないことを特徴とする永久磁石用合金粉末。

#### < 作用 >

本発明の合金粉末を用いて製造したNd-Fe-B系永久磁石は、保磁力が大きく、良好な磁気特性を有する。

#### < 発明の具体的構成 >

本発明の合金粉末は、R (ただし、RはYを含む希土類元素の1種以上)、FeおよびBを含有するものである。

R、FeおよびBの含有量は、

$$5.5\text{at}\% \leq R \leq 30\text{at}\%$$

$$42\text{at}\% \leq \text{Fe} \leq 90\text{at}\%$$

$$2\text{at}\% \leq B \leq 28\text{at}\%$$

であることが好ましい。

3

希土類元素Rとしては、Nd、Pr、Ho、Tbのうち少なくとも1種、あるいはさらに、La、Sm、Ce、Gd、Er、Eu、Pm、Tm、Dy、Yb、Yのうち1種以上を含むものが好ましい。

なお、Rとして2種以上の元素を用いる場合、原料としてミッシュメタル等の混合物を用いることもできる。

Rの含有量は、 $8\sim 30\text{at}\%$ であることが好ましい。

この合金粉末を用いて磁石を製造した場合、 $8\text{at}\%$ 未満では、結晶構造が $\alpha$ -鉄と同一構造の立方晶組織となるため、高い保磁力( $iH_c$ )が得られず、 $30\text{at}\%$ を超えると、Rリッチな非磁性相が多くなり、残留磁束密度( $B_r$ )が低下する。

Feの含有量は $42\sim 90\text{at}\%$ であることが好ましい。

Feが $42\text{at}\%$ 未満であると $B_r$ が低下し、 $90\text{at}\%$ を超えると $iH_c$ が低下する。

4

Bの含有量は、 $2\sim 28\text{at}\%$ であることが好ましい。

Bが $2\text{at}\%$ 未満であると菱面体組織となるため $iH_c$ が不十分であり、 $28\text{at}\%$ を超えるとBリッチな非磁性相が多くなるため、 $B_r$ が低下する。

なお、Feの一部をCoで置換することにより、磁気特性を損うことなく温度特性を改善することができる。この場合、Co置換量がFeの $50\%$ を超えると磁気特性が劣化するため、Co置換量は $50\%$ 以下とすることが好ましい。

また、R、FeおよびBの他、不可避免の不純物としてNi、Si、Al、Cu、Ca等が全体の $3\text{at}\%$ 以下含有されていてもよい。

さらに、Bの一部を、C、P、S、Cuのうちの1種以上で置換することにより、生産性の向上および低コスト化が実現できる。この場合、置換量は全体の $4\text{at}\%$ 以下であることが好ましい。

また、保磁力の向上、生産性の向上、低コスト化のために、Al、Ti、V、Cr、Mn、Bi、Nb、Ta、Mo、W、Sb、Ge、Sn、Zr、Ni、Si、Hf等の1種以上を添加してもよい。この場合、添加量は総計で10at%以下とすることが好ましい。

本発明の合金粉末は、例えば、以下のように製造する。

まず、所定の組成の合金を一般的な合金製造法、例えば、アークメルト法、高周波溶解法等により鑄造し、インゴットを得る。

得られたインゴットを、スタンプミル、ジョークラッシャーミル、ブラウンミル等で20～100メッシュ以下に粗粉碎する。

次いで、ジェットミルにより乾式の微粉碎を行い、分級し、所定の平均粒径の合金粉末を得る。

湿式の微粉碎では、合金粉末粒子の磁化が強いため凝集が生じ、適用が困難である。

上記合金粉末の平均粒径は、3～10 $\mu$ m、好

ましくは、3～6 $\mu$ mとする。

3 $\mu$ m以下では、合金粉末は酸化しやすく、磁気特性が減少する。10 $\mu$ m以上とすると下記に説明する38 $\mu$ m以上の粒径の粒子のふるいによる分級が困難となる。平均粒径は、空気透過法により合金粉末の表面積を測定し、それから計算により求める。測定には、例えば、サブシーブサイザー（フィッシャー社製）を用いる。

ジェットミルによる微粉碎後は風力分級により微粉を排除する。

また、微粉碎と風力分級をいっしょに行うため、風力分級機構付のジェットミルを用いてもよい。

次に、38 $\mu$ m以上の粒径の粒子を排除するため、38 $\mu$ m開口のふるいにより分級を行う。従って、38 $\mu$ m以上の粒径の粒子は実質的に存在しなくなり、この合金粉末を用いて製造した永久磁石は、大きい保磁力を得ることができ

7

ここで、実質的に存在しないとは、使用する合金粉末を38 $\mu$ m開口のふるいにかけたとき、ふるいに残留する粉末が0～0.2重量%、好ましくは0～0.15重量%程度のことである。

なお、本発明では、38 $\mu$ m開口のふるいにかけたとき、ふるい上に残留する粉末が0.2重量%であればよいので、前記の38 $\mu$ m開口のふるいによる分級にかえ風力分級を行ってもよい。

本発明の合金粉末は、焼結磁石用の原料に用いられる。

磁石を製造するには、まず、合金粉末を、好ましくは磁場中にて成形する。この場合、磁場強度は7kOe以上、成形圧力は1～5t/cm<sup>2</sup>程度であることが好ましい。

得られた成形体を、1000～1200℃で0.5～5時間焼結し、急冷する。なお、焼結雰囲気は、Arガス等の不活性ガス雰囲気であることが好ましい。

8

この後、好ましくは不活性ガス雰囲気中で、500～900℃にて1～5時間焼結処理を行なう。

最後に、所定の着磁器により着磁を行う。

このように本発明の合金分体を用いて製造された磁石のグレインサイズは、平均グレイン径3～20 $\mu$ m程度である。

測定は、走査型電子顕微鏡を用いる。

#### <実施例>

実施例1～5、比較例1、2

Nd<sub>14</sub>-Dy<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>-Fe<sub>78</sub>の組成を有する合金を鑄造し、ジョークラッシャーミル、ブラウンミルで32メッシュ以下に粗粉碎した。

次いで、分級機構が付属したジェットミルを用い微粉碎し、ふるいで分級をし、あるいは風力分級し、平均粒径が5.0 $\mu$ m、38 $\mu$ mの開口ふるいに残留する粒子が、下記表1に示される割合である合金粉末を得た。

表 1

磁 石 N o .	38 $\mu$ m 以上の粒径粒子 の割合 (重量%)	保持力 iHc (kOe)
1(本発明)	0	18.7
2(本発明)	0.02	17.9
3(本発明)	0.08	17.5
4(本発明)	0.11	17.7
5(本発明)	0.14	17.5
6(比較)	0.44	15.0
7(比較)	0.82	14.8
8(比較)	2.00	14.2

表1より本発明の合金粉末を用いて製造した磁石は、比較例にくらべ大きな保磁力を有することがわかる。

なお、上記において、ジェットミルの粉碎により、平均粒径2.8 $\mu$ mとしたところ、38 $\mu$ m開口のふるいに残留する粒子は0重量%であった。

このものを上記と全く同一の条件にて磁石としたところ、保磁力 iHc は 14.2 kOe で

この場合、平均粒径は、空気透過法により求め、測定には、サブシーブサイザー（フィッシャー社製）を用いた。

また、磁石 N o . 1 の粉末が 38 $\mu$ m 開口のふるいで分級したもの、N o . 2 ~ N o . 7 のものが風力分級したもの、N o . 8 のものが分級しないものである。

これらの各合金粉末に形成、焼結、熱処理を行い、磁石 N o . 1 ~ 8 を製造した。

これら各磁石 1 ~ 8 について保磁力 iHc を測定し、結果を表1に示す。

なお保磁力の測定には、直流自己磁束計を使用した。

また、成形は磁場中成形を行い、加圧圧力 2 t/cm<sup>2</sup>、印加磁場 10 kOe とした。そして、焼結および熱処理は、Ar ガス中にて行い、焼結温度 1100℃、焼結時間 1 時間、熱処理温度 600℃、熱処理時間 2 時間とした。

1 1

あった。

#### < 発明の効果 >

本発明の永久磁石用合金粉末を用いると、保磁力が大きく、良好な磁気特性を有する永久磁石を製造することができる。

特許出願人 ティーディーケイ株式会社

代理人 井理士 石 井 陽 一

